

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2002-30149

(P2002-30149A)

(43)公開日 平成14年1月31日(2002.1.31)

(51)Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード(参考)
C 0 8 G 77/28		C 0 8 G 77/28	4 H 0 2 0
C 0 9 G 1/00		C 0 9 G 1/00	A 4 H 1 0 4
1/16		1/16	4 J 0 3 5
C 0 9 K 3/00		C 0 9 K 3/00	R
3/18	1 0 4	3/18	1 0 4

審査請求 未請求 請求項の数5 O.L. (全9頁) 最終頁に続く

(21)出願番号	特願2000-217459(P2000-217459)	(71)出願人	000002060 信越化学工業株式会社 東京都千代田区大手町二丁目6番1号
(22)出願日	平成12年7月18日(2000.7.18)	(72)発明者	宝田 充弘 群馬県碓氈郡松井田町大字入見1番地10 信越化学工業株式会社シリコーン電子材料 技術研究所内
		(72)発明者	大村 直樹 東京都千代田区大手町二丁目6番1号 信 越化学工業株式会社内
		(74)代理人	100079304 弁理士 小島 隆司 (外1名)
			最終頁に続く

(54)【発明の名称】 メルカブト基含有オルガノポリシロキサンの製造方法並びに該オルガノポリシロキサンを用いた離型剤、潤滑剤及び脱出し剤

(57)【要約】

【解決手段】 (A) α, ω -ジヒドロキシポリシロキサンと (B) $R^1OSiR^2R^3R^4$ で示されるメルカブト基含有シランとを酸性又は塩基性触媒存在下、反応させることを特徴とする(3)及び/又は(4)で示される単位を少なくとも1つ含むメルカブト基含有オルガノポリシロキサンの製造方法。



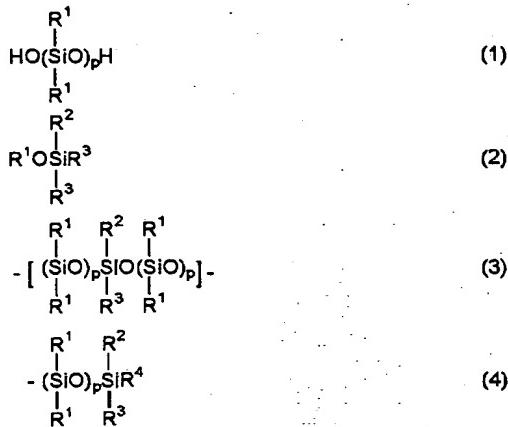
[R^1 は硫黄原子を含まないC₁₋₁₀の1価炭化水素、 R^2 はメルカブト基を少なくとも1つ含む1価有機基であり、 R^3 は R^1 又は $-OR^1$ で表される有機基、 R^4 は R^1 、OH又は OR^1 を示す。pは $5 \leq p \leq 2,000$ の正数を表す。]

BEST AVAILABLE COPY

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) 下記一般式(1)で示される α ,
 ω -ジヒドロキシポリシロキサンと(B)下記一般式
(2)で示されるメルカブト基含有シランとを酸性又は
塩基性触媒存在下、反応させることを特徴とする下記一
般式(3)及び/又は下記一般式(4)で示される単位を少なくとも1つ含むメルカブト基含有オルガノポリシ
ロキサンの製造方法。

【化1】



[ここで、R¹は硫黄原子を含まない置換又は非置換の
炭素数1~10の1価炭化水素、R²はメルカブト基を
少なくとも1つ含む1価有機基であり、R³はR¹又は
OR¹で表される有機基、R⁴はR¹、OH又はOR¹を示
す。pは5≤p≤2,000の正数を表す。]

【請求項2】 (A)成分と(B)成分のモル比が、
0.5≤(A)のモル数/(B)のモル数≤2.0である
請求項1記載のメルカブト基含有オルガノポリシロキ
サンの製造方法。

【請求項3】 請求項1又は2の製造方法で得られる一
般式(3)及び/又は(4)で示される単位を少なくとも
1つ含むメルカブト基含有オルガノポリシロキサンを
主成分とする離型剤。

【請求項4】 請求項1又は2の製造方法で得られる一
般式(3)及び/又は(4)で示される単位を少なくとも
1つ含むメルカブト基含有オルガノポリシロキサンを
主成分とする潤滑剤。

【請求項5】 請求項1又は2の製造方法で得られる一
般式(3)及び/又は(4)で示される単位を少なくとも
1つ含むメルカブト基含有オルガノポリシロキサンを
主成分とする艶出剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、離型剤、潤滑剤、
脱水剤、皮革処理剤、艶出剤等に応用できるメルカブ
ト基含有オルガノポリシロキサンの製造方法、並びに該
オルガノポリシロキサンを主成分として用いた離型剤、

潤滑剤及び艶出剤に関するものである。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】従来、
各種プライマー、各種フィラー処理剤として、3-メル
カブトプロピルトリメトキシシランが広く応用されてい
る。このものは、吸着性、接着性が高く、表面処理用カ
ップリング剤や塗料用プライマー、成型物用プライマー
として汎用されているが、表面処理中に副生成するメタ
ノールは環境汚染や引火、爆発等の問題を有している。
また、ジメチルポリシロキサンに代表されるシリコーン
オイルは離型剤、脱水剤、潤滑剤等として広く応用され
ているが、これらの特性に耐久性を付与する目的でエボ
キシ基、アミノ基、メルカブト基等の有機基をポリシロ
キサン骨格に導入する方法が採られている。例えば、メ
ルカブト基を導入する方法としては、3-メルカブトプロ
ピルメチルジメトキシランを加水分解してメトキシ基
を含有しないオリゴマーあるいは末端のみがメトキシ基
で封鎖されたオリゴマーを予め製造し、これと環状ポリ
シロキサンとを硫酸等の強酸で平衡化、中和することに
よって、側鎖にメルカブトプロピル基を含有するオルガ
ノポリシロキサンが製造される。本法は工程が長く、重
合や中和等煩雑であるのみならず、未反応環状ポリシロ
キサンが10~14%程度残存するので、低分子シロキ
サンが好ましくない用途では減圧による留去等の工程が
必要になる。更に、濃硫酸やトリフルオロメタンスルフ
オン酸等の強酸を使用して平衡化反応した場合、中和が
不充分であると、微量の酸根が残存し、経時でクラッキ
ングして環状低分子シロキサンを副生することがあり、
折角低分子シロキサンを減圧留去しても、保存中で低分子
が副生して不具合が生じるという問題点もあった。

【0003】副生成メタノールを減らすために、特開平
9-11118号公報では、3-メルカブトプロピル
トリメトキシシランと他のアルコキシシランとの共加水
分解部分縮合物を提案しているが、工程が煩雑で、保護
コーティング材や塗料用樹脂としての応用のみで、潤滑
剤や離型剤としては不適であった。

【0004】本発明は上記事情に鑑みてなされたもの
で、簡単かつ安価に、しかも低分子シロキサンの副生成
を可及的に防止してメルカブト基含有オルガノポリシロ
キサンを製造する方法並びにこのメルカブト基含有オル
ガノポリシロキサンを主成分とする離型剤、潤滑剤及び
艶出剤を提供することを目的とする。

【0005】

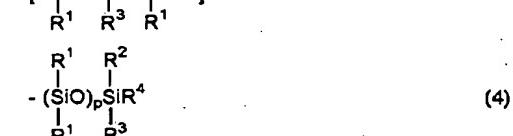
【課題を解決するための手段及び発明の実施の形態】本
発明者らは、上記目的を達成するため鋭意検討を行った
結果、 α , ω -ジヒドロキシジオルガノシロキサンとメ
ルカブト基含有オルガノオキシシランとを脱アルコール
反応させることにより、メルカブト基含有有機基をシロ
キサン骨格にもつたシロキサンが得られ、本化合物はポ
リシロキサン骨格とオルガノオキシ基の両方を兼ね備え

ているため、種々の基材に対して接着性があり、耐久性にもすぐれていること、また、原料の α 、 ω -ジヒドロキシジオルガノシリコサンは安価であり、もう一方の原料であるメルカブト基含有オルガノオキシシランもまた、プライマーや各種コーティング剤として工業的に大量製造されているために、得られるメルカブト基をシリコサン骨格にもったシリコサンも従来の合成法によるものと比較して安価であり、更に製造工程中でアルコールを減圧留去するため最終製品にアルコールを含まず安全性にも優れていることを見出し、本発明をなすに至った。

【0006】即ち、本発明は、(A) 下記一般式(1)で示される α 、 ω -ジヒドロキシポリシリコサンと(B) 下記一般式(2)で示されるメルカブト基含有シリランとを酸性又は塩基性触媒存在下、反応させることを特徴とする下記一般式(3)及び/又は下記一般式(4)で示される単位を少なくとも1つ含むメルカブト基含有オルガノポリシリコサンの製造方法を提供する。また、本発明は、該オルガノポリシリコサンを主成分とする離型剤、潤滑剤、及び艶出し剤を提供する。

【0007】

【化2】



【ここで、R¹は硫黄原子を含まない置換又は非置換の炭素数1~10の1価炭化水素、R²はメルカブト基を少なくとも1つ含む1価有機基であり、R³はR¹又は-OR¹で表される有機基、R⁴はR¹、OH又はOR¹を示す。pは5≤p≤2,000の正数を表す。】

【0008】以下、本発明につき更に詳しく説明する。本発明のメルカブト基含有オルガノポリシリコサンの製造に用いる第1の原料【(A)成分】は、下記一般式(1)で示されるものである。

【0009】

【化3】



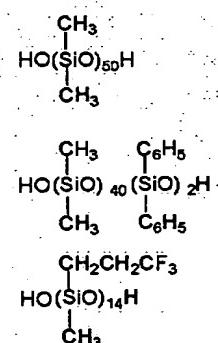
【0010】ここで、R¹は硫黄原子を含まない置換又は非置換の炭素数1~10の1価炭化水素基であり、複数のR¹は互いに同一であっても異なっていてもよい。具体的には、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、オクチル基、デシル基などのアルキル基；ビニル基、アリル基などのアルケニル基；フェニル基、トリル基などのアリール基；シクロペンチル基、シクロヘキシル基などのシクロアルキル基；或いは、これらの炭素原子に結合した水素原子の一部又は全部をハロゲン原子で置換したクロロメチル基、トリフルオロプロピル基、クロロフェニル基等を挙げることができる。これらの中で、特にR¹の90モル%以上がメチル基、フェニル基、トリフルオロプロピル基であることが好ましい。工業的には90モル%以上がメチル基であることがより好ましい。

【0011】また、pは5≤p≤2,000の正数である。pが5より小さいとシラノールが不安定であるために、後述する(B)成分との縮合反応と平行に、自己縮合反応が起り、その結果サイクリックスが副成し易い。また2,000を超えると、メルカブト基の含有量が低下し、そのために接着性や耐久性が低下するので、pは、5≤p≤2,000の正数である必要があり、好ましくは10≤p≤500である。

【0012】(A)成分として具体的には、下記のものが例示される。

【0013】

【化4】

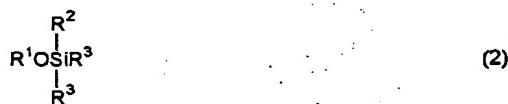


【0014】次に、第2の原料【(B)成分】は、下記一般式(2)で示されるメルカブト基含有オルガノオキシシランである。

【0015】

【化5】

BEST AVAILABLE COPY



【0016】ここで、R¹は上記の通りであり、R³はR¹又はOR¹である。なお、OR¹基としては、メトキシ-(CH₂)_nSH

(式中、nは1~6の整数、好ましくは3である。)で示されるものが好ましい。

【0018】(B)成分としては、特に、ジオルガノオキシシラン、トリオルガノオキシシランが好ましく、下記のものを具体例として例示することができる。

【0019】

【化7】



【0020】本発明のメルカブト基含有オルガノポリシロキサンの製造方法は、上記(A)、(B)成分を酸性もしくは塩基性触媒の存在下、脱アルコール反応させるものである。

【0021】(A)成分と(B)成分の反応条件は、(A)成分のシラノールの反応性、(B)成分のオルガノオキシ基の反応性にもよるが、酸あるいは塩基性触媒存在下、一般に50~180°Cの反応温度で、3~20時間おこなうことが好ましい。この反応により、容易にメルカブト基含有ポリシロキサンを得ることができる。なお、本反応を効率よく進行させるためには、系内から副生成するアルコールを除去しながら反応させることが好ましい。シラノール基とオルガノオキシ基の縮合触媒としては塩酸、硫酸、硝酸等の鉱酸、メタンスルфон酸、トリフルオロ酢酸、トリフルオロメタンスルfonyl酸、蔥酸等の有機酸、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化セシウム等のアルカリ金属水酸化物、あるいはそのシリコネート化合物、その他水酸化バリウム等のアルカリ土類金属の水酸化物が例示され、特に水酸化カリウムあるいはカリウムシリコネートが好適である。この触媒の添加量は、(A)、(B)成分の合計量に対して10~5,000ppmの範囲であることが好ましく、100~2,000ppmがより好ましい。また、脱アルコール反応終了後、所定の塩基或いは酸性化合物で中和し、中和塩は汎別しておくのが好ましい。本発明の反応に溶媒は特に必要ないが、(A)成分の粘度が高い場合、もしくは生成物の粘度が高い場合は、トルエン、キシレン等の溶媒を用いて反応を行っても差し支え

基、エトキシ基、プロポキシ基等が例示されるが、(A)成分の反応性からメトキシ基が最も好ましい。
【0017】R²はメルカブト基を少なくとも1つ含む有機基であり、特に下記式(5)

【化6】

(5)

ない。

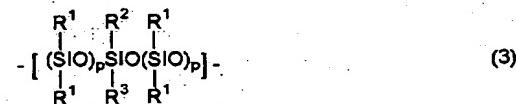
【0022】(A)成分と(B)成分のモル比において、(A)/(B)が2より大きい場合は、メルカブト基を含有しないポリシロキサンが多く残ってしまうおそれがあり、また、0.5より小さいと、(B)成分が残留してしまうおそれがあるので、好ましくは0.5≤(A)/(B)≤2.0である。

【0023】本発明に於いては、(B)成分のほかに、酸あるいは塩基性触媒と非反応性の他のアルコキシランを併用することも可能で、フェニルアルコキシラン、フルオロアルキルアルコキシラン、4級アンモニウム塩基含有アルコキシラン等が例示される。更に、本発明において得られるメルカブト基含有ポリシロキサンを、イソシアネート基含有有機化合物やエポキシ基含有有機化合物等により変性したり架橋することも任意である。後述する一般式(3)及び/又は(4)の末端基がシラノールの場合、保存安定性を高めるために、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール、エチレングリコール等の低級アルコールを微量加えることが出来る。更に、トリメチルシラノール、トリメチルクロロシラン、N,O-(ビストリメチルシリル)アセトアミド等のシリル化剤でシラノール基をシリル化して、末端をトリメチルシリル基で封鎖し、粘度上昇を抑制したり、加熱時の安定化をはかることも可能である。

【0024】本発明で得られるオルガノポリシロキサンは、下記一般式(3)で示される単位を少なくとも1つ含むメルカブト基含有ポリシロキサン及び/又は下記一般式(4)で示されるポリマー末端を少なくとも1つ含むメルカブト基含有ポリシロキサンである。

【0025】

【化8】



(R¹, R², R³, pは上記の通り。R⁴はR¹, OH又はOR¹を示す。)

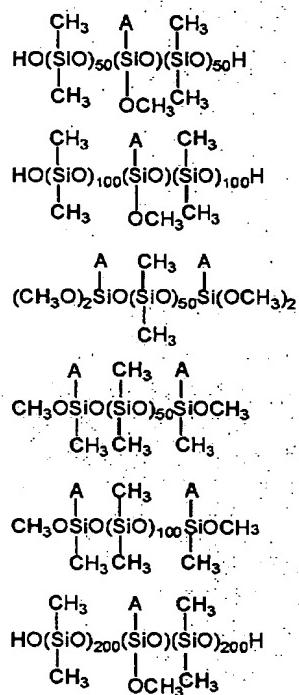
【0026】一般式(3)で示される単位を少なくとも1つ含むメルカブト基含有ポリシロキサン末端基は任意

であり、上記一般式(5)で示されるメルカプト基含有のシリル基、ジアルキルヒドロキシシリル基、アルキルジアルコキシシリル基、ジアルキルアルコキシ基等が例示されるが、安定性の点からジアルキルヒドロキシシリル基、トリアルキルシリル基、アルキルジアルコキシシリル基が好ましい。

【0027】本発明で得られるメルカプト基含有ポリシリキサンとしては、下記のものを例示することができる。

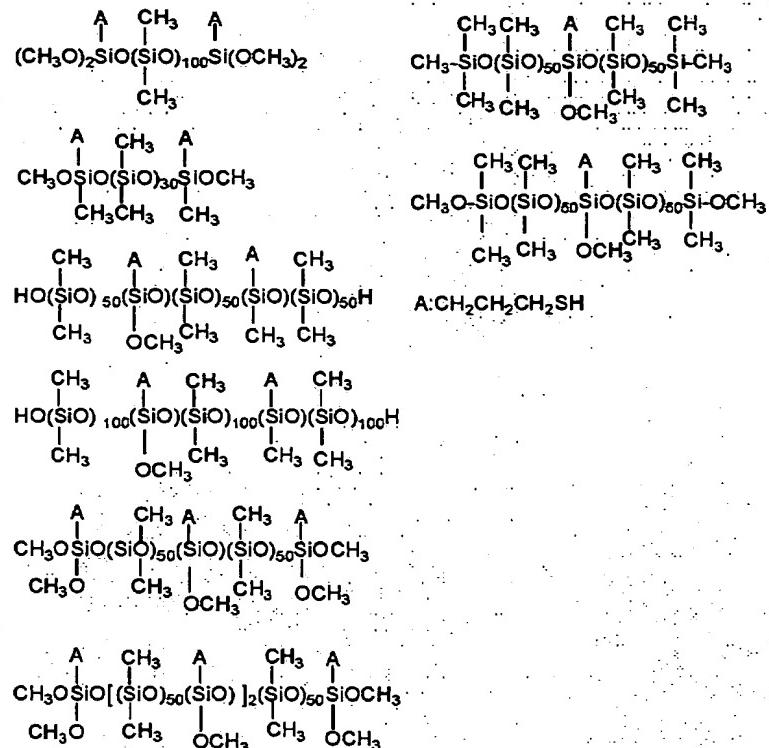
【0028】

【化9】



【0029】

【化10】



【0030】本発明のメルカプト基含有オルガノポリシリコサンを主成分とする組成物は、耐久性のある潤滑剤、離型剤、艶出し剤として応用でき、具体的にはカーフラックス添加剤、繊維処理用柔軟剤、繊維用撓水剤、成型金型用離型剤、艶出し用皮革処理剤、皮革用潤滑剤、家具・床用艶出し剤、塩ビレザー用艶出し剤、ウレタンレザー用艶出し剤、複写機用フューザー油、建築用撓水剤、ガラス用撓水剤等に展開可能である。このオルガノポリシリコサンを用いた組成物は、無溶剤状態で取り扱うことができ、また場合によってはトルエン、キシレン、n-ヘキサン、n-ヘプタン、メチルエチルケトン、エチルイソブチルケトン、酢酸エチル、酢酸ブチル、ミネラルターベン、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコールなどの有機溶剤に溶解させたものあるいはノニオン系、アニオン系、カチオン系、両性界面活性剤などを用いて乳化物として扱うことも可能である。これらの乳化剤として特に限定はないが、例えば非イオン性界面活性剤としては、エトキシ化高級アルコール、エトキシ化アルキルフェノール、多価アルコール脂肪酸エステル、エトキシ化多価アルコール脂肪酸エステル、エトキシ化脂肪酸、エトキシ化脂肪酸アミド、ソルビトール、ソルビタン脂肪酸エステル、エトキシ化ソルビタン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル等が挙げられ、そのHLBは5~20の範囲内にあることが好ましく、特に10~16の範囲内であることが好ましい。また、アニオン性乳化剤の例としては、高級アルコール硫酸エ

ステル塩、アルキルフェニルエーテル硫酸エステル塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩、高級アルコールリン酸エステル塩、エトキシ化高級アルコール硫酸エステル塩、エトキシ化アルキルフェニルエーテル硫酸エステル塩、エトキシ化高級アルコールリン酸塩等が挙げられ、カチオン性乳化剤の例としては、アルキルトリメチルアンモニウムクロライド、アルキルアミン塩酸塩、ココナットアミンアセテート、アルキルアミンアセテート、アルキルベンゼンジメチルアンモニウムクロライド等が挙げられる。両性界面活性剤としては例えば、N-アシルアミドプロビル-N、N-ジメチルアンモニオベタイン類、N-アシルアミドプロビル-N、N'-ジメチル- β -ヒドロキシプロビルアンモニオベタイン類等が例示される。また、その使用量は、本発明のオルガノポリシリコサン100重量部に対し、5~50重量部が好ましく、より好ましくは10~30重量部である。また乳化の際、水の使用量は固定濃度が10~80重量%となるようにすれば良く、好ましくは2.0~6.0重量%となるような量である。

【0031】上記の乳化物は従来公知の方法で得ることができ、本発明におけるオルガノポリシリコサンと界面活性剤を混合し、これをホモミキサー、ホモジナイザー、コロイドミル、ラインミキサー、万能混合機（商品名）、ウルトラミキサー（商品名）、プラネタリーミキサー（商品名）、コンビミックス（商品名）、三本ローリミキサーなどの乳化機で乳化すればよい。

【0032】本発明の離型剤、潤滑剤、艶出し剤等の組成物を用いて各種機材を処理或いはコーティングするには、これらの組成物を所定の濃度に調節し、スプレー、浸漬、フローコート、ロールコート等が利用される。より耐久性を高める上で、各種基材に処理或いはコーティング後、80～180°Cで1～10分程度、加熱処理するのも有効である。

【0033】更に、本発明のメルカブト基含有オルガノポリシロキサンは、アクリル系樹脂変性用中間体、ウレタン樹脂改質用中間体としての応用も可能で、変性することによりアクリル樹脂やウレタン樹脂に滑り性、離型性、撥水性、光沢等を付与することが出来る。

【0034】

【発明の効果】本発明のメルカブト基含有オルガノポリシロキサンの製造方法は、単純なプロセスにより短時間、安価であり、低分子シロキサンの副生成も比較的少なく、特殊な用途でなければ減圧留去等の操作も不要である。更に濃硫酸等の強酸を使用しないので、中和不十分による微量残存する酸根の心配もない。本製造法で得られたメルカブト基含有オルガノポリシロキサンは安価、耐久性のある離型剤、潤滑剤、艶出し剤として有用である。

【0035】

【実施例】以下、実施例及び比較例を挙げて本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれらによってのみ限定されるものではない。なお、実施例中の粘度はすべて25°Cにおける値である。また、下記例で、構造解析は下記方法により行った。

<²⁹Si-NMRによる構造解析>サンプル1.5g、トルエン1.35g、ベンゼン-d⁶ 0.15g、緩和試薬としてのトリス-(2,4-ペンタンジオネート)クロミウム0.04gを均一に溶解し、直径10mm

のサンプルチューブに満たし、Lambda 300WB (JEOL) を用い、600～3000回積算することにより²⁹Si-NMRのピークを観測した。

<¹H-NMRによる構造解析>サンプル0.015g、重クロロホルム1.5gを均一に溶解し、直径5mmのサンプルチューブに満たし、Lambda 300WB (JEOL) を用い、32回積算することにより¹H-NMRのピークを観測した。

【0036】【実施例1】冷却管及び温度計を備えた1000mlガラスフラスコに(A)成分として平均構造式(6)で示されるα, ω-ジヒドロキシポリジメチルシロキサン745.1g(0.200mol)

【化11】



及び(B)成分として3-メルカブトプロピルトリメチキシラン19.6g(0.100mol)、50%水酸化カリウム水溶液0.32g(0.0029mol)を仕込み、窒素通気下で80°Cで2時間反応させた。反応が進むに連れて、粘度上昇が観測された。その後酢酸を0.32g(0.0053mol)添加し、室温で2時間攪拌し、中和を行った。その結果、粘稠な無色透明の油状物が得られた。これを生成物(A-1)とする。この油状物について、²⁹Si-NMRによる構造同定を行った。その結果、原料である3-メルカブトプロピルトリメチキシランのピーク(-43.4ppm)は消滅しており、すべてのシランが反応していた。ピークの帰属は表1の通りであった。

【0037】

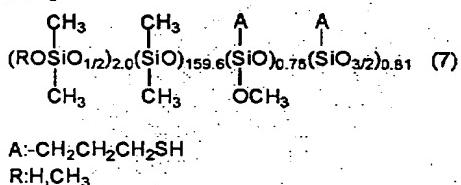
【表1】

ケミカルシフト (ppm)	積分比によるケイ素数	帰属
-12.5	2.0	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{R}-\text{Si}-\text{O}- \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$ R: H, CH ₃
-22.5	159.60	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{O}-\text{Si}-\text{O}- \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$
-59.9	0.75	$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SH} \\ \\ -\text{O}-\text{Si}-\text{O}- \\ \\ \text{OCH}_3 \end{array}$
-69.2	0.81	$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{SH} \\ \\ -\text{O}-\text{Si}-\text{O}- \\ \\ \text{O} \end{array}$

【0038】この分析結果と反応経路、及び¹H-NMRによるSi-CH₃、Si-CH₂-ピークの分析の結果、得られた油状物は、以下の平均構造式(7)で示されるものであることが判った。揮発分、回転粘度の測定結果を表2に示す。

【0039】

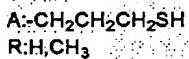
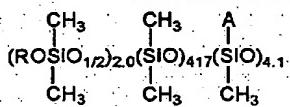
【化12】



【0040】[実施例2] 実施例1で、3-メルカブトプロピルトリメトキシシランの代わりに3-メルカブトプロピルメチルジメトキシシランを18.0g(0.100mol)、50%水酸化カリウム水溶液0.20g(0.0018mol)、酢酸0.20g(0.0033mol)、反応時間を90℃で5時間とした以外は実施例1と同様の操作を行った。その結果、粘稠な無色透明の油状物が得られた。これを生成物(A-2)とする。得られた生成物について、²⁹Si-NMR及び¹H-NMRによる構造同定を行ったところ、以下の平均構造式(8)で示されるものであることが判った。²⁹Si-NMRの分析の結果、原料の3-メルカブトプロピルメチルジメトキシシランは全て反応していることが判明した。揮発分、回転粘度の測定結果を表2に示す。

【0041】

【化13】



【0042】[比較例1] 2000mlの還流管、温度計を備えたフラスコに、オクタメチルシクロテトラシロキサン1112.2g(3.75mol)及び1,3,5,7-テトラキス[3-メルカブトプロピル]-1,3,5,7-テトラメチルシクロテトラシロキサン7.5g(0.0125mol)を仕込み、窒素通気下で120℃で2時間脱水を行った。3-メルカブトプロピルメチルジメトキシシラン18.0g(0.100mol)を添加し、次いで平均構造式(9)で示される触媒を0.54g(0.0010mol)添加し、150℃で6時間反応させることにより重合を行った。

【0043】

【化14】



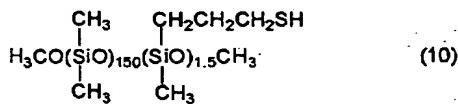
【0044】重合終了後、90℃に冷却しエチレンクロルヒドリンを1.61g(0.020mol)添加し、90℃で2時間反応させることにより中和を行った。反応終了後、粘稠な無色透明の油状物が得られた。得られた生成物を(A-3)とする。得られた生成物について、²⁹Si-NMR、及び¹H-NMRによる構造同定を行ったところ、以下の平均構造式(10)で示されるものであることが判った。揮発分、回転粘度の測定結果

BEST AVAILABLE COPY

を表2に示す。

【0045】

【化15】



【0046】[比較例2] 比較例1で得られた生成物A-3を、5mmHgの減圧下で120°Cで4時間ストリップすることにより、低分子の少ない粘稠な無色透明の油状物(A-4)が得られた。得られたオイルについて揮発分、回転粘度の測定結果を表2に示す。

【0047】[比較例3] 比較例1でオクタメチルシクロテトラシロキサン1483g、1,3,5,7-テトラキス[ヤーメルカブトプロピル]-1,3,5,7-テトラメチルシクロテトラシロキサン22.56g(0.20mol)、3-メルカブトプロピルメチルジメトキシシラン9.02gとした以外は合成例3と同様

	実施例1	実施例2	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
メルカブト含有ポリシロキサン	A-1	A-2	A-3	A-4	A-5	A-6
揮発分(%) (105°C/3時間)	0.7	0.8	12.9	2.1	13.1	0.3
粘度(mPa·s)	1186	2960	547	740	2240	3010

【0051】[実施例3、4、比較例5~8] 実施例1で合成したメルカブト含有ポリシロキサン(A-1)2.0gを20cm四方の綿布にしみ込ませ、5mm厚のなめし牛皮革に塗布した。塗布後、新しい綿布により一定条件で磨き、感触や光沢を観察した。更に新しい綿布で20分間一定条件で磨き、その後の感触、光沢の変化を観察した。これを実施例3とする。結果を表3に示す。

	実施例3	実施例4	比較例5	比較例6	比較例7	比較例8
メルカブト含有シロキサン	A-1	A-2	A-3	A-4	A-5	A-6
初期光沢	良好	良好	良好	良好	良好	良好
初期感触	良好	良好	やや劣る	良好	やや劣る	良好
20分磨き後 光沢	良好	良好	劣る	やや劣る	劣る	やや劣る
20分磨き後 感触	良好	良好	劣る	やや劣る	劣る	やや劣る

フロントページの続き

(51) Int.CI.7

C10M 107/50

識別記号

F I

C10M 107/50

マーク(参考)

F ターム(参考) 4H020 BA32 BA33

4H104 CJ13A LA20

4J035 BA01 CA261 LB06 LB07

LB09 LB11

BEST AVAILABLE COPY